

MANUFACTURE OF INTEGRATED CIRCUIT PACKAGE

Patent Number: JP58218143
Publication date: 1983-12-19
Inventor(s): ANDOU MIGIWA; others: 01
Applicant(s): NIPPON TOKUSHU TOGYO KK
Requested Patent: ☐ JP58218143
Application Number: JP19820100883 19820611
Priority Number(s):
IPC Classification: H01L23/08
EC Classification:
Equivalents: JP1434415C, JP62044856B

Abstract

PURPOSE: To obtain the IC package, the quantity of alpha-rays radiated therefrom is extremely little, by atomizing, drying and granulating slurry acquired by mixing specific aluminum powder and specific silica powder through a wet method, molding granules obtained to a predetermined shape by a press and baking them.

CONSTITUTION: Silica powder is segregated to the surface of alumina powder by atomizing, drying and granulating slurry acquired by mixing alumina powder, mean grain size thereof is 0.5-2 μ m, and silica powder, the quantity of alpha-rays radiated therefrom is little and mean grain size thereof is 0.05 μ m or less, through the wet method, and granules obtained are molded to the predetermined shape by the press, and baked. Not a material to which special refinement treatment is executed but one, the quantity of alpha-rays radiated therefrom is normal, can be used as alumina powder because the quantity of alpha-rays radiated from alumina powder is approximately 0.04-0.09count/cm².hr normally and the IC package with a coating layer, the quantity of alpha-rays radiated therefrom is little, is obtained under the influence of silica powder, the quantity of alpha-rays radiated therefrom is little. On the other hand, a material, the quantity of the rays irradiated therefrom is 0.04count/cm².hr or less, is used as silica powder.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

1. METHOD OF PRODUCING IC PACKAGE

2. Claims

1. A method of producing an IC package comprising steps of:

wet mixing an alumina powder having a mean particle diameter of 0.5 to 2 μ and a silica powder having little radiant quantity of α -rays and having a mean particle diameter of 0.05 μ or less to yield slurry,

allowing said silica powder to segregate on the surface of said alumina powder by means of spray drying granulation of the slurry,

press forming the obtained granule into a specified shape, and subsequently firing.

2. The method of producing an IC package according to claim 1, wherein the amount of silica powder to be used is 0.1 to 0.3 by weight times that of alumina powder.

3. The method of producing an IC package according to claim 1, wherein a desired sintering aid, plasticizer and caking agent are mixed during wet mixing.

4. The method of producing an IC package according to claim 1, wherein the temperature of the spray drying granulation

is from 160 to 200°C.

5. The method of producing an IC package according to claim 1, wherein the mean particle diameter of the granule obtained by granulation is from 40 to 100 μ .

3. Detailed Description of the Invention

The present invention relates to a method of producing an IC package.

For IC packages for assembling and encapsulating IC's, a variety of materials such as ceramics, metals, synthetic resins, and glass are adopted, and these materials contain trace amounts of uranium and thorium. α -Rays emitted from these uranium and thorium in trace amounts sometimes affect the action of an IC device to cause damage. Thus, methods adopted conventionally of preventing the effect of these α -rays include, for example, a method that involves forming on the IC chip surface a thin protective film of, for example, a polyimide resin that absorbs α -rays, and a method of using a high-purity article specially purification-treated as a package material, which has extremely small uranium and thorium contents. However, the former method has disadvantages such as release of and occurrence of cracks in, the protective film of the formed polyimide resin during encapsulation operation inasmuch as a polyimide resin exhibits a low heat resistance as well as the difference of thermal

expansion coefficients between the resin and the silicon chip being large. On the other hand, the latter method needs a refining means of removing trace amounts of uranium and thorium that is very costly for refining, leading to a disadvantage of an essential high cost of raw material. Accordingly, a simple method of effectively preventing an adverse effect of α -rays has recently been required.

The present inventors have conducted various studies, in view of the above-mentioned circumstances, in order to obtain an IC package having little radiant quantity of α -rays for the case of ceramics that is widely used as a material of IC packages, and found out that an IC package fabricated by specially treating alumina and silica powders of specific particle diameters exhibits significantly little radiant quantity of α -rays, which has made the present invention completed.

In other words, the main point of the present invention relates to a method of producing an IC package comprising steps of: wet mixing an alumina powder having a mean particle diameter of 0.5 to 2 μ and a silica powder having little radiant quantity of α -rays and having a mean particle diameter of 0.05 μ or less to yield slurry, subjecting the slurry to spray drying granulation, press forming the obtained granule into a specified shape, and subsequently firing.

The present invention will be discussed in detail hereinafter.

A target alumina powder of the present invention has a radiant quantity of α -rays of about 0.04 to 0.09 count/cm²-hr (α -ray amount via scintillation counter; hereinafter the same), and a powder with a mean particle diameter of 0.5 to 2 μ , preferably 1 to 1.5 μ , is used. Because the present invention provides an IC package having a coating layer of little radiant quantity of α -rays due to the effect of a silica powder having little radiant quantity of α -rays, as described later on, the alumina powder does not need to be particularly purified and a powder having a normal radiant quantity of α -rays is usable. In addition, rendering the mean particle diameter of an alumina powder to be too small cannot appropriately provide a granule having the silica powder allowed to segregate on the alumina powder during spray drying granulation. Oppositely, when the diameter is too large, press forming cannot be carried out well, and thus the case is not preferable.

On the other hand, a silica powder wherein the radiant quantity of α -rays is smaller than that of the above-mentioned alumina powder is utilized. For example, one with 0.04 count/cm²-hr is used. The mean particle diameter of a silica powder is 0.05 μ or less, and preferably 0.02 μ or less. When it is too large, an IC package having little radiant quantity of α -rays is not obtainable. Additionally, this silica powder when wet mixed with an alumina powder may become in a colloidal form or in a solution form. Examples of such silica powders

include any kinds, for example, commercially available colloidal silica. The amount of silica powder to be used is normally 0.1 to 0.3 by weight times, preferably 0.2 to 0.25 by weight times, the weight of the alumina powder. When this amount of use is too small, an IC package having a coating layer with little radiant quantity of α -rays on the surface layer thereof cannot be provided. In addition, when the amount is large, the effect of the present invention of restraining the radiant quantity of α -rays becomes indistinguishable and so it is disadvantageous economically.

The present invention, as described above, obtains a granule prepared by wet mixing an alumina powder and a silica powder to yield slurry and allowing the silica powder to segregate on the surface of the alumina powder by means of spray drying granulation of the slurry. When wet mixing is conducted, it is normally preferable to make present sintering aids such as, for example, potassium feldspar, magnesium carbonate, and calcium silicate; plasticizers such as, for example, polyethylene oxide, and polyethylene glycol; and caking agents such as, for example, polyvinyl alcohol and methylcellulose. The amounts of these sintering aids, plasticizers and caking agents, to be used, are normally about 3 to 5, about 0.5 to 2, and about 1 to 5% by weight, respectively, relative to the mixture amount of alumina and silica. In addition, powders of IC package components or other additives in addition to an alumina powder and a silica powder may be mixed in the ranges wherein the present

invention is effective. The concentration of slurry prepared by wet mixing is not particularly limited if the concentration range permits spray drying granulation.

This spray drying granulation of slurry is usually performed using a spray drying machine such as a known rotating disc type or spray type, and the treatment temperature is, for example, from 170 to 190°C. This treatment transfers particulates of the silica from the insides of the liquid drops to the surfaces along the flow of evaporating liquid in the process of the liquid drops of slurry being evaporated and dried, thus leading to the obtainment of a granule having the silica powder with little radiant quantity of α -rays allowed to segregate on the surface layer thereof. The granule obtained here normally has a mean particle diameter of about 50 to 70 μ .

The present invention press-forms a granule obtained in this manner in accordance with the method and then fires the material to obtain an IC package. The press forming forms the above-mentioned granule at, for example, 1,000 to 2,000 kg/cm² by means of a die with a desired shape. Also, the formed product formed into a desired shape is then fired, for example, at a temperature of 1470 to 1560°C for about 0.5 to 1.5 hours to yield a target IC package. The IC package obtained by this press forming and firing treatment has a coating layer primarily composed of mullite ($3\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}2\text{SiO}_2$) of about 20 μ on the surface layer thereof, and has significantly little radiant quantity

of α -rays.

As described above, the present invention uses as the raw material a blend of an alumina powder having a normal radiant quantity of α -rays and a silica powder having little quantity of α -rays and enables the production of an IC package having a quantity of α -rays that is remarkably smaller than the mean value of the two powders. This seems to be because a wet blend of an alumina powder having a specified mean particle diameter and a silica powder is subjected to spray drying granulation to yield a granule having a silica powder allowed to segregate on the surface thereof and this granule is also press formed, so that a mullite layer is made up particularly on the surface layer, the mullite layer acting as suppressing the radiant quantity of α -rays. Therefore, the method of the present invention readily enables the production of an IC package having little radiant quantity of α -rays using low cost raw materials and thus is an industrially extremely preferable method.

Now, the present invention will hereinafter be described in more detail by means of examples; however, the invention is by no means limited to these examples without the departure of the spirit and scope of the invention.

Example

Into an alumina ceramic ball mill of a 7 L internal volume were fed 1,400 g of a commercially available alumina powder of

a 1 μ particle diameter (product of Showa Light Metal, trade name Alumina A-13, radiant quantity of α -rays: 0.076 count/cm²-hr) and 1,500 g of a commercially available colloidal silica powder of 0.01 to 0.02 μ particle diameter (product of Nissan Chemical Industries, trade name Snowtex C, 20% SiO₂, radiant quantity of α -rays: 0.048 count/cm²-hr) and further to this were charged 17 g of potassium feldspar and 17 g of magnesium carbonate (1st grade reagent), as sintering aids, 10 g of polyethylene oxide (product of Steel Chemical, trade name PEO-1) as a plasticizer and 20 g of polyvinyl alcohol (product of Denki Kagaku Kogyo, trade name Denka B-05) as a caking agent, and the resultant material was blended for 15 hours.

The slurry obtained by this treatment was subjected to spray drying granulation by means of a rotary disc spray drying machine (disc diameter: 120 ϕ) at a number of disc revolutions of 7,200 rpm at a gas temperature of 180°C to obtain a granule with a mean particle diameter of 100 μ having silica allowed to segregate on the surface thereof.

This granule was press formed by means of a disk-like die (diameter 120 m/m, length 3.6 m/m) at a pressure of 1,000 kg/cm² to obtain a disk formed body, and then this formed body was fired in a furnace at 1,500°C for one hour to produce an IC package plate with a diameter of 100 m/m and a thickness of 3 m/m.

The surface of the IC package plate thus obtained was analyzed to find a layer rich in mullite in a depth of about

20 μ of the surface layer. In addition, the radiant quantity of α -rays of this plate was determined using a scintillation counter. The result is given in Table 1.

Comparative Example 1

Testing was carried out as in Example with the exception that spray drying granulation in the method of Example was changed to freeze drying granulation and that the segregation of a silica powder on the alumina powder surface in the method of Example was prevented. The result is given in Table 1.

Comparative Example 2

Testing was performed as in Example with the exception that, as the silica powder in the method of Example, a commercially available silica powder having less radiant quantity of α -rays and having a particle diameter of 5 μ (product of Nittouren Raw Material, trade name Silsick 7-3, radiant quantity of α -rays: 0.027 count/ $\text{cm}^2\text{-hr}$) was employed. The result is shown in Table 1.

Table 1

	Radiant quantity (α -rays) (count/ $\text{cm}^2\text{-hr}$)
Example	0.056
Comparative Example 1	0.065
Comparative Example 2	0.057

The results in Table 1 show that the radiant quantity of α -rays in Comparative Example 1 is not reduced as compared with Example inasmuch as the segregation of a silica powder on the

alumina powder surface was prevented, and also show that the radiant quantity of α -rays in Comparative Example 2 is equivalent to that of Example although a silica powder raw material had a radiant quantity of α -rays less than the silica in Example inasmuch as silica having a large particle diameter was used.

⑬ 日本国特許庁 (JP)
⑫ 公開特許公報 (A)

⑪ 特許出願公開
昭58—218143

⑤ Int. Cl.³
H 01 L 23/08

識別記号

庁内整理番号
7738—5F

⑬ 公開 昭和58年(1983)12月19日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 4 頁)

⑭ ICパッケージの製造法

① 特 願 昭57—100883

② 出 願 昭57(1982)6月11日

③ 発 明 者 安藤 汀
名古屋市瑞穂区高辻町14番18号
日本特殊陶業株式会社内

④ 発 明 者 伊藤幸昭

名古屋市瑞穂区高辻町14番18号
日本特殊陶業株式会社内

⑤ 出 願 人 日本特殊陶業株式会社

名古屋市瑞穂区高辻町14番18号

⑥ 代 理 人 弁理士 足立勉

明 細 書

1 発明の名称

ICパッケージの製造法

2 特許請求の範囲

1 平均粒径が0.5～2μのアルミナ粉末と、α線放射量の少ない平均粒径が0.05μ以下のシリカ粉末とを湿式混合して得られるスラリーを噴霧乾燥造粒することにより前記アルミナ粉末の表面に前記シリカ粉末を被覆させ、次いで、得られた顆粒を所定の形状にプレス成形したのち、焼成することを経験とするICパッケージの製造法。

2 シリカ粉末の使用量が、アルミナ粉末に対して、0.1～0.3重量比であることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載のICパッケージの製造法。

3 湿式混合の際に所望の焼結助剤、可塑剤及び粘結剤を混合することを経験とする特許請求の範囲第1項記載のICパッケージの製造法。

4 噴霧乾燥造粒の温度が160～200℃であることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載

のICパッケージの製造法。

5 造粒で得られた顆粒の平均粒径が40～100μであることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載のICパッケージの製造法。

3 発明の詳細な説明

本発明はICパッケージの製造法に関するものである。

ICを組み立て封じるためのICパッケージとしては、セラミックス、金属、合成樹脂、ガラスなどの種々の材質のものが採用されているが、これらの物質中には極く微量のウラン及びトリウムが含有されている。この微量のウラン及びトリウムより放射されるα線の影響でIC素子の動作が障害を受けることがある。従って、従来、このα線の影響を防止するための方法として、例えば、ICチップの表面にα線を吸収するポリイミド樹脂などの薄い保護膜を形成させる方法及びパッケージ材質として特別の精製処理を施したウラン、トリウム含有量の極めて少ない高純度品を用いる方法等が採られている。しかしながら、前者の方

法の場合には、ポリイミド樹脂は耐熱性が低いのみならず、シリコンチップとの熱膨脹率の差が大きいため、パッケージの封止操作の際に、形成されたポリイミド樹脂の保護膜が剥離したり、また、亀裂を生じたりする欠点がある。一方、後者の方法の場合には、微量のウラン及びトリウムを除去する精製手段が非常に精製コストがかかるため、原料コストが必然的に高くなる欠点がある。そこで、近時、簡単な方法で効果的に α 線の悪影響を防止する方法が要求されている。

本発明者等は上記実情に鑑み、ICパッケージの材質として広く利用されているセラミックスの場合に、 α 線放射量の少ないICパッケージを得ることを目的として種々検討した結果、ある特定の粒径を有するアルミナ粉末とシリカ粉末とを特定の処理を施すことにより製造されるICパッケージは α 線放射量が極めて少ないことを見出し本発明を完成した。

即ち、本発明の要旨は、平均粒径が $0.5 \sim 2 \mu$ のアルミナ粉末と α 線放射量の少ない平均粒径

が 0.05μ 以下のシリカ粉末とを湿式混合して得られるスラリーを噴霧乾燥造粒し、次いで、得られた顆粒を所定の形状にプレス成形したのち、焼成することの特徴とするICパッケージの製造法にある。

以下、本発明を詳細に説明する。

本発明で対象となるアルミナ粉末は通常、 α 線放射量が $0.04 \sim 0.09$ カウント/ $\text{cm}^2 \cdot \text{hr}$ （シンチレーションカウンタによる α 値、以下、同じ意味である）程度のものであり、平均粒径が $0.5 \sim 2 \mu$ 、好ましくは $1 \sim 1.5 \mu$ のものが使用される。本発明では後述する α 線放射量の少ないシリカ粉末の影響で、 α 線放射量の少ない被覆層を有するICパッケージが得られるため、アルミナ粉末は特別な精製処理を施したものではなく、通常の α 線放射量を有するものを使用することができる。また、アルミナ粉末の平均粒径はあまり小さいと、噴霧乾燥造粒の際に、シリカ粉末がアルミナ粉末上に偏析した顆粒を良好に得ることができず、逆に、あまり大きいと、プレス成形が良

好に行われないので好ましくない。

一方シリカ粉末としては、 α 線放射量が上記アルミナ粉末より少ないものが使用され、例えば、 0.04 カウント/ $\text{cm}^2 \cdot \text{hr}$ 以下のものが使用される。シリカ粉末の平均粒径は 0.05μ 以下、好ましくは 0.02μ 以下のものが挙げられ、あまり大きい場合には、 α 線放射量の少ないICパッケージを得ることができない。尚、このシリカ粉末はアルミナ粉末との湿式混合の際に、コロイド状または溶液状となっても差し支えない。このようなシリカ粉末の具体例としては、どのようなものでもよいが、例えば、市販されているコロイダルシリカなどを用いることができる。シリカ粉末の使用量は通常、アルミナ粉末に対して、 $0.1 \sim 0.3$ 重量部、好ましくは $0.2 \sim 0.25$ 重量部であり、この使用量があまり少ない場合には、表面に α 線放射量の少ない被覆層を有するICパッケージを有することができず、また、多い場合には、 α 線放射量が抑制されると否う本発明の効果に大差はないので経済的に不利である。

本発明では上述の如きアルミナ粉末とシリカ粉末とを湿式混合し、そのスラリーを噴霧乾燥造粒することにより、アルミナ粉末の表面にシリカ粉末が偏析した顆粒を得るが、湿式混合に際しては、通常、例えば、カリ長石、炭酸マグネシウム、ケイ酸カルシウムなどの焼結助剤；例えばポリエチレンオキシド、ポリエチレングリコールなどの可塑剤；例えばポリビニルアルコール、メチルセルロースなどの粘結剤を存在させるのが好ましい。これらの焼結助剤、可塑剤、及び粘結剤の使用量は通常、アルミナとシリカの混合物に対して、それぞれ $3 \sim 5$ 、 $0.5 \sim 2$ 、 $1 \sim 5$ 重量%程度である。また、本発明においては、アルミナ粉末とシリカ粉末以外のICパッケージ構成成分の粉末またはその他の添加剤を本発明の効果が得られる範囲で混合しても差し支えない。湿式混合により調製されるスラリーの濃度は噴霧乾燥造粒が可能範囲であれば、特に限定されるものではない。

このスラリーの噴霧乾燥造粒は通常、公知の回転ディスク式またはスプレー式などの噴霧乾燥機

を用いて実施されるが、この処理温度は例えば、 $170 \sim 190^\circ\text{C}$ である。この処理により、スラリーの液滴が蒸発乾燥される過程で、シリカの微粒子が遠発する液の液れに従って液滴内部から表面に移行し、その結果、表面に α 線放射量の少ないシリカ粒子が偏析した顆粒が得られるのである。ここで得られる顆粒の大きさは通常、 $50 \sim 70 \mu$ 程度の平均粒径を有するものである。

本発明では、このようにして得られた顆粒を常法に従って、プレス成形したのち、焼成することによりICパッケージを得るが、プレス成形は所望の形状の金型にて前記顆粒を例えば、 $1000 \sim 2000 \text{ kg/cm}^2$ の圧力にて成形することにより実施される。また、所望の形状に成形された成形物は次いで、例えば、 $1470 \sim 1560^\circ\text{C}$ の温度で、 $0.5 \sim 1.5$ 時間程度、焼成処理され、目的とするICパッケージを得ることができる。このプレス成形及び焼成処理により得られるICパッケージは表面に約 20μ 程度のムライト($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$)を主体とする被覆層を

有するものであり、 α 線放射量が極めて少ないものである。

以上のように、本発明によれば、通常の α 線放射量を有するアルミナ粉末と α 線放射量の少ないシリカ粉末との混合物を原料として、両者の平均値よりも著しく少ない α 線放射量のICパッケージを製造することができる。この原因は特定の平均粒径を有するアルミナ粉末とシリカ粉末との複式混合物を噴霧乾燥造粒することにより、表面にシリカ粉末が偏析した顆粒が得られ、しかも、この顆粒をプレス成形するため、特に表面のみにムライト層が形成され、このムライト層の働きにより、 α 線放射量が抑制されるものと推察される。従って、本発明の方法は低コストの原料を用いて簡単に α 線放射量の少ないICパッケージを製造することができ、工業的に極めて好ましい方法である。

次に、本発明を実施例により更に詳細に説明するが、本発明はその要旨を越えない限り実施例のみに限定されるものではない。

実施例

内容積 7 L のアルミナ噴霧製ボールミルに、市販の粒径 1μ のアルミナ粉末(昭和電金属製、商品名アルミナA-13)(α 線放射量 0.076 カウント/ $\text{cm}^2 \cdot \text{hr}$) 1400 g 及び市販の粒径 $0.01 \sim 0.02 \mu$ のコロイダルシリカ粉末(田舎化学製、商品名スノーテックスC、 SiO_2 分 20%)(α 線放射量 0.048 カウント/ $\text{cm}^2 \cdot \text{hr}$) 1500 g を仕込み、更に、これに焼結助剤として、カリ長石 17 g 及び炭酸マグネシウム(試薬1級) 17 g 、可塑剤として、ポリエチレンオキサイド(製鉄化学製、商品名PEO-1) 10 g と粘結剤として、ポリビニルアルコール(電気化学工業製、商品名デンカB-05) 20 g を仕込んだのち、 15 時間、混合処理を行った。

この処理で得たスラリーを回転ディスク式噴霧乾燥機(ディスク径 120ϕ)にて、ディスク回転数 7200 r.p.m. 、ガス温度 180°C の条件下で噴霧乾燥を行うことにより造粒を行い、表面にシリカが偏析した平均粒径 100μ の顆粒を

得た。

この顆粒を用いて円筒状の金型(径 120 mm 、長さ 3.6 mm)で圧力 1000 kg/cm^2 の条件下でプレス成形を行い円筒成形体を得、次いで、この成形体を電気炉にて 1500°C の温度で 1 時間、焼成を行うことにより、径 100 mm 、厚さ 3 mm のICパッケージ板を製造した。

このようにして得たICパッケージ板の表面を分析したところ、表面約 20μ にムライトに富んだ層が存在することが確認され、また、この板の α 線放射量をシンチレーションカウンタにより測定したところ、第1表に示す結果であった。

比較例1

実施例の方法において、噴霧乾燥造粒を凍結乾燥造粒に変更し、シリカ粉末のアルミナ粉末表面への偏析を防止し造粒した以外は実施例と同じ方法でテストした場合の結果を第1表に示す。

比較例2

実施例の方法において、シリカ粉末として、 α 線放射量のより少ない市販の粒径 5μ のシリカ粉

末（日陶産原料製、商品名シルシックT-3）
 （ α 線放射量0.027カウント/cm²・hr）を用
 いた以外は実施例と同じ方法でテストした場合の
 結果を第1表に示す。

第1表

		α 線放射量（ α 値） （カウント/cm ² ・hr）
実施例		0.056
比較例	1	0.065
	2	0.057

第1表の結果より、比較例1の場合には、焼結
 乾燥過程によりシリカ粉末の偏析を防止している
 ため、実施例に較べて、 α 線放射量が低下してい
 ないことが判り、また、比較例2の場合には、実
 施例よりも α 線放射量の低いシリカ粉末原料を用
 いているにも拘らず、粒径の大きいシリカを用い
 ているため、 α 線放射量は実施例と変りはないこ
 とが判る。

代理人 弁理士 足立 勉